

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-268794

(43) 公開日 平成8年(1996)10月15日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 3 0 B 15/20			C 3 0 B 15/20	
29/06	5 0 2	7202-4G	29/06	5 0 2 E
// H 0 1 L 21/208			H 0 1 L 21/208	P

審査請求 未請求 請求項の数 3 F D (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平7-100173

(22) 出願日 平成7年(1995)3月30日

(71) 出願人 000205351

住友シチックス株式会社
兵庫県尼崎市東浜町1番地

(72) 発明者 梶田 栄治

佐賀県杵島郡江北町大字上小田2201番地
住友シチックス株式会社九州事業所内

(72) 発明者 宝来 正隆

佐賀県杵島郡江北町大字上小田2201番地
住友シチックス株式会社九州事業所内

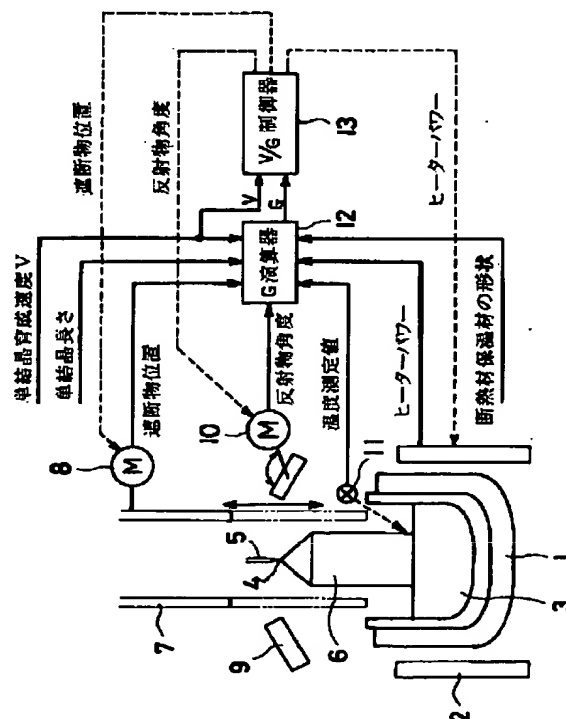
(74) 代理人 弁理士 生形 元重 (外1名)

(54) 【発明の名称】 単結晶シリコン育成方法

(57) 【要約】

【目的】 シリコンの融点から1300℃までの結晶軸方向の温度勾配G (℃/mm) に対する結晶育成速度V (mm/min) の比V/G (mm²/℃・min) を高精度に制御し、狙いとする位置にOSFリングを発生させる。

【構成】 伝熱計算を用いた炉内全体の温度分布計算によりGを求める。輻射遮断物7または輻射反射物9により融液からの輻射を制御してGを操作する。



【特許請求の範囲】

【請求項 1】 チョクラスキー法によってシリコン単結晶を製造する際に、伝熱計算を用いた炉内全体の温度分布計算により単結晶内部の温度分布を求め、求めた温度分布を用いて融液からの輻射を遮断および／または反射することにより、単結晶内部の温度分布を操作することを特徴とする単結晶シリコン育成方法。

【請求項 2】 伝熱計算を用いた炉内全体の温度分布計算により、シリコンの融点から 1300℃までの結晶軸方向の温度勾配 G (℃/mm) を求め、結晶育成速度 V (mm/min) と求めた温度勾配 G (℃/mm) との比 V/G (mm²/℃・min) が目標値に制御されるように、 V を操作すると共に融液からの輻射の遮断および／または反射により G を操作することを特徴とする請求項 1 に記載の単結晶シリコン育成方法。

【請求項 3】 単結晶周囲の温度計測値により温度分布計算を補正することを特徴とする請求項 1 または 2 に記載の単結晶シリコン育成方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、チョコラルスキー法（以下 C Z 法という）によるシリコン単結晶の育成方法に関し、更に詳しくは、単結晶の育成中にその内部の温度分布を操作して結晶品質を制御する単結晶育成方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 高集積半導体素子材料として用いられているシリコン単結晶の製造方法は種々あるが、工業的に量産が可能な方法としては主に C Z 法が採用されている。C Z 法の実施状態を図 3 に示す。

【0003】 C Z 法では通常、内側が石英、外側が黒鉛で構成された二重構造の坩堝 1 が用いられる。坩堝 1 内に収容された原料シリコンは坩堝 1 の外側に配置されたヒーター 2 により加熱されて熔融する。そのシリコン融液 3 は、下端に種結晶 4 に取り付けたいヤ 5 を上昇させることにより、坩堝 1 から徐々に引き上げられる。このとき坩堝 1 および種結晶 4 を回転させる。これによりシリコン融液 3 が凝固した円柱状の単結晶 6 が育成される。通常採用される結晶育成速度は 1.0～2.0 mm/min である。

【0004】 このような C Z 法によるシリコン単結晶の育成では、単結晶をウェーハに加工したのち熱処理を行うことによって、ウェーハ面に O S F リングと呼ばれるリング状の酸誘起積層欠陥が発生することが知られている。

【0005】 O S F リングが発生すると、その内側領域では結晶育成中に成長した熱的安定性の高い酸素析出物が 10^6 cm⁻³ 程度の高密度で分布し、ゲート酸化膜の耐圧特性が低下する。一方、O S F リングの外側領域では、酸化膜耐圧特性は良好であるが、大きさが約 400

nm の転位クラスターが約 10^3 個/cm² の密度で発生する。このように、O S F リングを境に内側と外側とではウェーハの物理的性質が大きく異なるのである。

【0006】 C Z 法により製造されるシリコン単結晶は高集積半導体素子材料に用いられるが、高集積半導体素子の信頼性および歩留は単結晶ウェーハの物理的性質に強く依存するため、C Z 法によるシリコン単結晶の育成では O S F リングの位置を制御し、狙いとする位置に O S F リングを発生させることが重要な技術となる。

10 【0007】 これに関連して本発明者らは、結晶育成速度を V (mm/min) とし、シリコンの融点から 1300℃までの温度範囲における結晶軸方向の温度勾配を G (℃/mm) とするとき、 V/G (mm²/℃・min) により O S F リングの発生位置が一義的に決まることを見出し、特願平 6-148939 号により、 V/G を 2.5 以上にして O S F リングを素子製造に使用されないウェーハの外周部に発生させると共に、1150℃から 1000℃までの温度範囲における冷却速度を 2.0℃/min 以下として O S F リングの内側での酸素析出物の分布密度を低下させる単結晶製造法を提案した。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】 本発明者らが先に提案した単結晶製造法では、狙いとする位置に O S F リングを発生させるために、 V/G を高精度に制御することが重要な技術となっている。

30 【0009】 しかし、C Z 法によるシリコン単結晶の育成では、図 3 に示すように、育成中の単結晶 6 が融液 3 から輻射熱を受ける一方、単結晶 6 からの輻射熱が存在する。単結晶 5 の成長に伴いその長さが変化するため、単結晶 6 からの輻射熱量の軸方向分布は時々刻々と変化する。そのため、 G は単結晶 6 の育成中一定には維持されない。 V/G を制御するためには、 V だけでなく G の検出および操作が必要であるが、上述したように実際の操業では V の検出および操作が困難なため、 V/G の制御は非常に難しく、従って、狙いとする位置に O S F リングを発生させることは容易でない（図 2 中の従来法参照）。

40 【0010】 本発明の目的は、育成中の単結晶内部の温度分布を意のままに操作することにより、 V/G の制御ひいては O S F リング発生位置の制御を高精度に行い得る単結晶シリコン育成方法を提供することにある。

【0011】

【課題を解決するための手段】 本発明の単結晶シリコン育成方法は、C Z 法によってシリコン単結晶を製造する際に、伝熱計算を用いた炉内全体の温度分布計算により単結晶内部の温度分布を求め、求めた温度分布を用いて融液からの輻射を遮断および／または反射することにより、単結晶内部の温度分布を操作するものである。

50 【0012】 V/G の制御では、伝熱計算を用いた炉内全体の温度分布計算により、シリコンの融点から 1300

0℃までの結晶軸方向の温度勾配G (℃/mm) を求め、結晶育成速度V (mm/min) と求めた温度勾配G (℃/mm) との比V/G (mm²/℃・min) が目標値に制御されるように、Vを操作すると共に融液からの輻射の遮断および/または反射によりGを操作する。

【0013】望ましくは、単結晶周囲の温度計測値により温度分布計算を補正する。

【0014】

【作用】V/Gの制御では、単結晶の育成中に単結晶軸方向の温度勾配を制御することが不可欠の技術である。この制御技術では、育成中の単結晶内部の温度分布を求めることと、その温度分布を操作することの2つが必要である。V/Gの制御で言えばGを求めることとGを操作することが共に必要である。

【0005】単結晶内部の温度分布を求めることについては、単結晶周囲の温度を多くの箇所で測定することにより一応これが可能となるが、炉内に多くの測定器を設置することになるため、炉内や炉内で育成中の単結晶の汚染が問題になる。そこで本発明では伝熱計算を用いた炉内全体の温度分布計算によりこれを行う。

【0006】具体的には、例えば①炉内全体の輻射熱交換、②単結晶と融液との界面形状、③ヒータパワーおよび④単結晶育成速度等の各項目を考慮して伝熱計算を行うことより、単結晶内部の温度分布を求め、V/Gの制御ではGを求める。

【0007】ここで①の項目、すなわち炉内全体の輻射熱交換では、炉内の保温材および断熱材の形状、育成中の単結晶の長さの他に、本発明では融液からの輻射の遮断や反射を行うので、遮断物や反射物の現在位置なども考慮する必要がある。また、②の項目、すなわち単結晶と融液の界面形状については、Stefan条件とBoundary-fitted法から求めることができる。

【0008】伝熱計算を用いた炉内温度分布計算によれば、温度測定点の数を少なくして、単結晶内部の温度分布を高精度に求めることができる。なお、この場合の温度測定は温度分布計算の補正のためであるので必ずしも必要ではない。温度測定を行う場合、結晶表面温度を固液界面から一定の距離で測定することが好ましいが、本発明では温度分布計算を炉内全体にわたって行うために、単結晶の温度分布に応答する輻射遮断物や保温材の特定位置の温度を測定してもよい。

【0009】温度分布の操作については、本発明では融液からの輻射を遮断および/または反射する。単結晶と融液との界面の温度は一定であるので、融液から単結晶への輻射を遮断して単結晶の温度を下げることににより、単結晶軸方向の温度勾配は大となり、V/Gの制御ではGを大きくすることができる。一方、融液の上方に反射率の高い反射物を設置して融液からの輻射を単結晶へ反射することにより、単結晶の温度が高くなって単結晶軸方向の温度勾配が小となり、V/Gの制御ではGを小さく

くすることができる。また、遮断および反射の両方を同時に用いてGを操作することも可能である。

【0010】かくしてV/Gの高精度な制御が可能となり、狙った位置にOSFリングを発生させることができる。

【0011】

【実施例】図1に本発明を実施するのに適した装置構成を示す。

【0012】図1において、7は単結晶6の引き上げ路を包囲するように、坩堝2の上方に設けた円筒状の輻射遮断物である。輻射遮断物7は例えばカーボンからなり、坩堝1内の融液3から引き上げられる単結晶6を收容して、融液3から単結晶6への輻射を遮断する。また、その遮断量をコントロールするために、輻射遮断物7は駆動部8により上下に移動させられる。

【0013】9は輻射遮断物7の昇降路を取り囲むように、周方向に配列設置された複数の輻射反射物である。輻射反射物9は例えば表面を鏡面に研磨したMo板からなり、融液3からの輻射を単結晶6に反射させる。また、その反射量をコントロールするために、それぞれの輻射反射物9は駆動部10により角度が調節される。

【0014】11は温度測定計であり、単結晶6の表面の固液界面から一定距離の点の温度を測定する。

【0015】12はシリコンの融点から1300℃までの温度範囲における結晶軸方向の温度勾配Gを求めるG演算器である。G演算器12には駆動部8から輻射遮断物7の位置情報が与えられる。また、駆動部10からは輻射反射物9の角度情報が、温度測定計11からは単結晶周囲の温度情報がそれぞれ与えられる。更には、炉内の保温材および断熱材の形状、育成中の単結晶6の長さおよび育成速度V、単結晶5と融液3との界面形状、ヒータ2のパワーについての各情報も与えられる。

【0016】そしてG演算器12は、単結晶6の温度測定値を除くこれらの情報を用いて伝熱計算により炉内全体の温度分布計算を行い、更に温度測定値を用いてその温度分布計算の補正を行うことによりGを求める。

【0017】13はV/G制御器である。V/G制御器13は求められたGと単結晶育成速度VとからV/Gを計算すると共に、その計算値がV/G設定値と一致するようにVを操作し、合わせて輻射遮断物7の位置や輻射反射物9の角度を駆動部8、10に指示してGを操作する。また必要に応じてヒータ2のパワーも操作する。

【0018】かくして、単結晶育成の全期間にわたってV/Gがその設定値に制御される。その結果、育成された単結晶をウェーハに加工しそのウェーハを熱処理したときに生じるOSFリングが所定位置に制御される。

【0019】すなわち、ある仮定(C₁、C₂、D₁、D₂の定数設定値)の下での計算による推定であるが、V/Gによって結晶内のT=1300℃~1250℃における点欠陥の濃度(空孔と格子間シリコン)が

10

20

30

40

50

ほぼ決まり、この点欠陥がその後、酸素と反応して種々のサイズおよび密度の酸素析出物またはその2次欠陥（転位）等が発生させる。そのため、 V/G を一定に制御することにより、OSFリングの発生位置が結晶全体にわたって一定になる。更に、酸素析出物等の欠陥の分布（面内および軸方向でのサイズ-密度分布）も一定になる。

【0020】ただし、結晶育成末期のTail部形成時およびその後の融液からの結晶切り離し時には、結晶が急速に冷却される。このとき、Top側は低温からTail側は高温から急冷されるために、これらの部分は均一な欠陥分布とはならない。そのため、育成初期および後期に対応する部分では、OSFリングの発生位置が制御されない。均一にならない部分の欠陥は、100～850℃以下で結晶冷却時に形成される欠陥であり、非常に小さい析出物である。一方、1000～850℃以上で形成される欠陥は大きく安定で、結晶全長にわたって均一になる。このような欠陥はデバイスプロセス中でも安定であり、確実にデバイス活性領域（表面近傍）に残留し、特性を劣化させる。

【0021】次に図1に示す装置を用いて実際に V/G を制御した結果を説明する。

【0022】〔実施例1〕直径16"の石英ルツボに高純度多結晶シリコン50kgを入れ、ボロンをドーブし、多結晶シリコンを加熱溶解したのち、直径150mmで結晶育成方位が〈100〉の単結晶を長さ1000mm育成した。単結晶育成中は、輻射温度計で結晶の表面温度を計測して、単結晶温度分布計算システムで V/G を計算し、 V/G が $0.28\text{ mm}^2/\text{℃}\cdot\text{min}$ （一定）になるように、単結晶育成速度を操作すると共に、単結晶の周りに配した内径300mm×厚さ30mmのカーボンからなる円筒状の輻射反射物を上下に移動させた。

【0023】育成した単結晶から結晶軸方向と平行にサンプルを切り出し熱処理した後、OSFリングの発生位置を調べた。OSFリングは育成初期の20mmと育成後期の100mmの部分を除き、中心から約67mmの位置に発生していた。

【0024】〔実施例2〕直径16"の石英ルツボに高純度多結晶シリコン50kgを入れ、ボロンをドーブし、多結晶シリコンを加熱溶解したのち、直径150mmで結晶育成方位が〈100〉の単結晶を長さ1000mm育成した。単結晶育成中は、輻射温度計で結晶の表面温度を計測して、単結晶温度分布計算システムで V/G を計算し、 V/G が $0.22\text{ mm}^2/\text{℃}\cdot\text{min}$ （一定）になるように、単結晶育成速度を操作すると共に、単結晶の周りに配し表面を鏡面に研磨した5枚のMo板製輻射反射物（1枚の寸法は250mm×150mm）の角度を操作した。

【0025】育成した単結晶から結晶軸方向と平行にサ

ンプルを切り出し熱処理した後、OSFリングの発生位置を調べた。OSFリングは育成初期の20mmと育成後期の100mmの部分を除き、中心から約15mmの位置に発生していた。

【0026】〔実施例3〕直径16"の石英ルツボに高純度多結晶シリコン50kgを入れ、ボロンをドーブし、多結晶シリコンを加熱溶解したのち、直径150mmで結晶育成方位が〈100〉の単結晶を長さ1000mm育成した。単結晶育成中は、輻射温度計で結晶の表面温度を計測して、単結晶温度分布計算システムで V/G を計算し、単結晶の育成長さが500mmまでは V/G が $0.22\text{ mm}^2/\text{℃}\cdot\text{min}$ 、育成長さが500mm以降は $0.28\text{ mm}^2/\text{℃}\cdot\text{min}$ になるように、単結晶育成速度を操作すると共に、カーボン輻射反射物の位置およびMo輻射反射物の角度を操作した。

【0027】育成した単結晶から結晶軸方向と平行にサンプルを切り出し熱処理した後、OSFリングの発生位置を調べた。OSFリングは20mmから450mmまでの部分においては中心から約15mmの位置に発生し、450mmからは徐々に外周へ移り、550mmから100mmを残すまでの部分においては中心から約67mmの位置に発生した。

【0028】各実施例におけるOSFリング発生位置を図2に示す。また、比較のために V/G を制御しない従来法の場合のOSFリング発生位置を示す。同図からわかるように、本発明により V/G の高精度な制御が可能となり、狙いとする位置にOSFリングを発生させることが可能となる。ちなみに、従来法は結晶の中心から35mmの位置にOSFリングを発生させることを狙って結晶育成を行った場合であるが、実際のOSFリング発生位置は狙い位置から大きくずれている。

【0029】

【発明の効果】以上に述べた通り、本発明の単結晶シリコン育成方法は伝熱計算を用いた炉内全体の温度分布計算により単結晶内部の温度勾配を求め、且つ融液からの輻射の遮断および／または反射により単結晶内部の温度勾配を操作することにより、 V/G の高精度な制御を可能とし、これにより狙いとする位置にOSFリングを発生させることができるという効果を奏する。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明を実施するのに適した装置の構成図である。

【図2】本発明の効果を示すグラフである。

【図3】チョクラルスキー法の実施状態を示す概略断面図である。

【符号の説明】

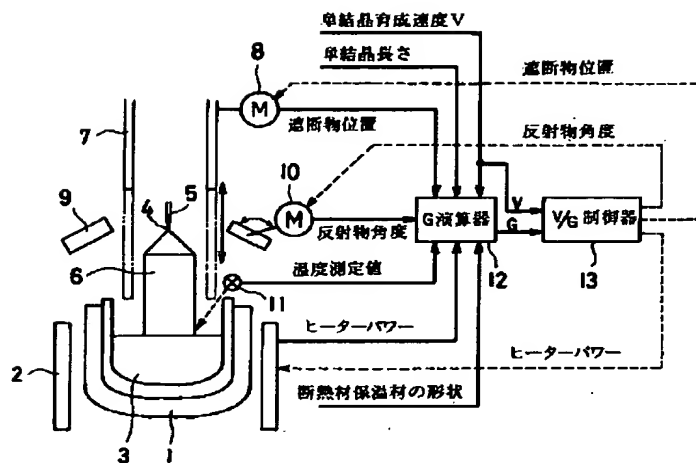
- 1 坩堝
- 2 加熱ヒーター
- 3 融液
- 4 種結晶
- 5 ワイヤ

6 単結晶
7 輻射遮断物

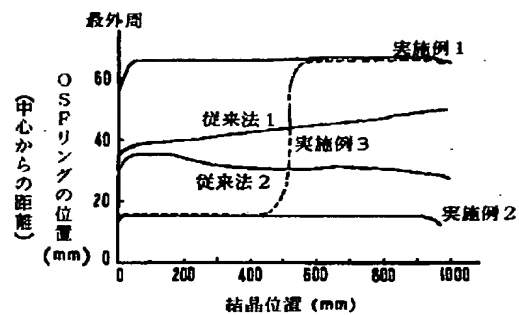
* 9 輻射反射物

*

【図 1】



【図 2】



【図 3】

